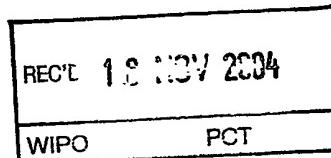
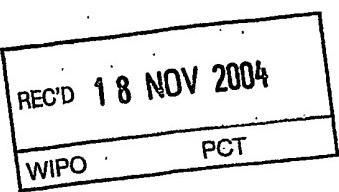


**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

EP04111852



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

|                          |                                       |
|--------------------------|---------------------------------------|
| <b>Aktenzeichen:</b>     | 103 50 556.3                          |
| <b>Anmeldetag:</b>       | 29. Oktober 2003                      |
| <b>Anmelder/Inhaber:</b> | Clariant GmbH,<br>65929 Frankfurt/DE  |
| <b>Bezeichnung:</b>      | Wasserbasierende Pigmentpräparationen |
| <b>IPC:</b>              | C 09 B, C 09 D                        |

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 09. September 2004  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**

Im Auftrag

Faust

**PRIORITY DOCUMENT**  
 SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
 COMPLIANCE WITH  
 RULE 17.1(a) OR (b)

**Beschreibung****5 Wasserbasierende Pigmentpräparationen**

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wasserbasierende  
Pigmentpräparationen, Verfahren zu ihrer Herstellung, ihre Verwendung zum Färben  
von makromolekularen Materialien aller Art, z.B. von natürlichen und synthetischen  
10 Fasermaterialien, bevorzugt Cellulosefasern, insbesondere zur Papiermassefärbung.

Es ist seit etwa 40 Jahren Stand der Technik, organische Buntpigmente zur  
Massemfärbung von Papieren zu verwenden. Dazu werden die hydrophoben Pigmente  
mit Tensiden und verschiedenen Zusatzmitteln in Wasser dispergiert. Eine solche  
15 wässrige Dispersion kann in den Pulp (Wasser-, Zellstoff-, Titandioxidgemisch), aus  
dem das Papier gebildet wird, problemlos eingearbeitet werden. Anorganische und  
organische Pigmente haben jedoch keine Affinität zu Cellulosefasern im Gegensatz  
zu Direktfarbstoffen. Die dispergierten Pigmente würden ohne den Einsatz von  
weiteren chemischen Hilfsmitteln auf dem Papiermaschinensieb aus dem sich  
20 bildenden Faservlies ausgewaschen und sich im Kreislauf der Papiermaschine  
anreichern. Daher müssen die Pigmente geflockt werden. Zur Flockung und  
möglichst vollständigen Retention anionisch geladener Pigmente dienen in erster  
Linie kationische Epichlorhydrinharze, die sogenannten Retentionsmittel bzw.  
25 Nassfestmittel. Sie bilden zusammen mit den Pigmenten nach außen hin durch  
sogenanntes „Bridging“ und „Patching“ kationisch geladene Agglomerate, die  
Flocken. Die Retentionsmittel flocken nicht nur die dispergierten Buntpigmente,  
sondern auch Titandioxid und Feinfaseranteile. Die Flocken binden sich mittels  
ionischer Wechselwirkungen und Wasserstoffbrückenbindungen an die  
Cellulosefasern, wodurch sie retiniert werden.

30

Die zur Dispergierung der hydrophoben Pigmente verwendeten Dispergiermittel und  
Zusatzstoffe haben einen entscheidenden Einfluss auf den Flockungsprozess. Die  
Flocken sind je nach Art der verwendeten anionischen und neutral geladenen  
Tenside, der daraus resultierenden Pigmentladung, sowie des zur Flockung

verwendeten kationischen Polymers mehr oder weniger scherempfindlich. In den letzten Jahren hat sich beim Herstellungsprozess von Papier die Arbeitsgeschwindigkeit der Papiermaschinen signifikant erhöht. Betrugen die durchschnittlichen Maschinengeschwindigkeiten früher 200 – 250 m/min, so laufen heutige Dekorpapiermaschinen mit 600 – 800 m/min. Entsprechend hoch sind dadurch aber auch die Scherbelastungen für die Pigmentflocken in den Pumpen und auf der Siebpartie der Maschinen geworden. Eine einmal zerstörte Flocke kann nach Neutralisation der kationischen Außenladung kaum noch im Faservlies retendiert werden. Die Folge ist eine zurückgehende Farbstärke und eine höhere Anfärbung des verwendeten Kreislaufwassers. Zeit- und ressourcenverbrauchende Farbkorrekturen werden notwendig. Die entstehenden instabilen Maschinenverhältnisse haben hohe Ausschussmengen und Zeitverlust zur Folge.

- Die aus den hohen Arbeitsgeschwindigkeiten der Papiermaschinen resultierenden hohen Scherraten des Pulps verschärfen die Anforderungen an die Flockungs- bzw. Scherstabilität für eine optimale Retention des Pigmentes. Die aus dem Stand der Technik bekannten wässrigen Pigmentpräparationen für Papiermassefärbung erfüllen oftmals nicht die von der Papierindustrie gestellten Anforderungen. Häufig enthalten solche Pigmentpräparationen als Dispergiermittel anionische und/oder nichtionogene Tenside. In der Regel handelt es sich bei diesen Tensiden um Alkylarylverbindungen und um deren Oxalkylierungs- und Sulfonierungsprodukte. Das größte Problem dieser käuflichen Pigmentpräparationen liegt in der mangelnden Scherbeständigkeit. Viele bekannte Pigmentpräparationen verlieren in modernen Dekorpapiermaschinen unter starker Scherbeanspruchung 5 – 15 % an Farbstärke. Gleichzeitig tritt eine hohe Schaumentwicklung auf, die als zweitgrößtes Problem zu werten ist. Schaum behindert das Umpumpen und die Strömungsverhältnisse des Wasser-Zellstoff-Gemisches in erheblichem Ausmaß. Zudem erzeugen zerplatzende Schaumblasen auf dem Papier Krater und Ringe unterschiedlicher Farbstärke.
- Zu den weiteren Problemen, die bei bekannten wässrigen Pigmentpräparationen zur Papiermassefärbung auftauchen, zählt eine zu geringe Lagerstabilität. Nach einiger Lagerzeit tritt häufig Sedimentation ein, oder eine hohe Viskositätszunahme führt zur Verfestigung. Einige Präparationen zeigen eine ausgeprägte Strukturviskosität und sind thixotrop, wodurch sie sich unter Scher- oder Schubspannung wieder

verflüssigen lassen; andere Präparationen hingegen bleiben selbst nach energischer Durchmischung fest. Bei vielen Pigmentdispersionen führt die unter der Lagerhaltung einsetzende Agglomeration mangels Stabilität der dispergierten Teilchen zu einer zahlenmäßigen Verringerung derselben und daraus resultierend zu einer geringeren

- 5 Farbstärke bei der Papiermassefärbung. Häufig ist bei käuflichen Pigmentpräparationen auch eine schlechte Eintrockenbeständigkeit gegeben. Die Dispersionen trocknen bei angebrochenen Gebinden an Deckel und Wandungen sehr zügig zu festen Verkrustungen und Klumpen ein. Nachteilig ist, dass die Pigmentpräparationen dabei inhomogen und zu schnell eintrocknen, obwohl sie
- 10 Wasser-Retentionsmittel wie beispielsweise Glykole enthalten, die ein An- oder Eintrocknen der Präparation vor deren Gebrauch verhindern sollen. Durch Abblättern der Verkrustungen und Klumpen in die wässrige Dispersion kommt es bei der späteren Applikation zur Streifen- oder Stippenbildung auf dem Papier.
- 15 Für Papiermassefärbung vorgestellte Präparationen aus EP-B-0 065 751 enthalten Novolake, die aufgrund von potentiell enthaltenden Nebenkomponenten wie Nonylphenol heutzutage unerwünscht sind. Zudem sind diese Pigmentpräparationen ungenügend scherbeständig. Ferner sind zur Papiermasseeinfärbung Pigmentpräparationen in folgenden Patenten vorgestellt worden: WO-A-02 095 130,
- 20 EP-B-1 165 696, DE-A-197 31 572. Jedoch erfüllen die Pigmentpräparationen nicht alle oben angesprochenen Qualitätsmerkmale.

Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, wässrige Pigmentpräparationen bereitzustellen, die ein Anforderungspotential erfüllen, welches deutlich über dem Stand der Technik liegt: Die Pigmentpräparationen sollten über eine hohe Scher- bzw. Flockenstabilität verfügen, so dass sich aus den dispergierten Pigmenten in Kombination mit kationischen Polymeren kleine kompakte und damit scherstabile Flocken ausbilden. Weiterhin sollen die Pigmentpräparationen bei der Applikation unter hoher Fließgeschwindigkeit und Scherbeanspruchung keine 25 oder nur eine sehr geringe Schaumentwicklung hervorrufen. Zusätzlich soll eine sehr gute Retention und Penetration bei der Applikation sichergestellt sein. Ferner soll die Konzentration der Pigmente in den Präparationen möglichst hoch sein und in der Regel bei mindestens 30% liegen. Die Pigmentpräparationen sollen über eine hohe Farbstärke, genau definierte Coloristik hinsichtlich Farbtöne und Farbreinheit, hohe

Licht- und Ausblutechtheit und niedrige Viskosität verfügen. Eine gute Lagerstabilität von mindestens zwei Jahren wird angestrebt, d.h. die dispergierten Pigmente sollten in dieser Zeit nicht agglomerieren und sich absetzen. Außerdem sollen diese

Pigmentpräparationen vor der Verwendung an- und eintrocknenbeständig sein. Ein

- 5 Eintrocknen soll zwar über einen längeren Zeitraum möglich sein, jedoch homogen verlaufen, begleitet von einer Filmbildung. Ein weiteres wichtiges Kriterium ist, dass die Pigmentdispersionen über eine hohe Reinheit verfügen, da zu hohe Konzentrationen an anorganischen und organischen Salzen sowie Ionen bei der Flockung der Pigmente und bei der Retention an die Faser störend wirken. Letztlich 10 sollten die Dispergiermittel und Additive von Pigmentpräparationen möglichst gut biologisch abbaubar sein und kleine CSB- und BSB-Werte haben, damit bei der Papierherstellung das Kreislaufwasser nicht unnötig belastet wird. Ökotoxikologisch einwandfreie Pigmentdispersionen basieren weitgehend auf Wasser und enthalten keine oder nur geringe Anteile an organischen Lösungsmitteln.

15

Überraschenderweise wurde gefunden, dass durch die Kombination von nachstehend gelisteten Pigmenten, Tensiden, Additiven und Zusatzstoffen wässrige Pigmentpräparationen hergestellt werden können, die die oben angesprochenen Qualitätsanforderungen hinsichtlich Papiermassefärbung, Lagerhaltung und guter

- 20 Umweltverträglichkeit in hohem Maße erfüllen. Nachfolgende wässrige Pigmentdispersionen sind scherbeständig, eintrocknenbeständig, lagerbeständig, schäumen bei der Applikation nicht oder nur wenig und verfügen über eine hervorragende Rheologie.

25 Gegenstand der Erfindung sind wässrige Pigmentpräparationen, enthaltend

- (A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,  
(B) mindestens einen mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylether,  
(C) mindestens ein alkoxyliertes Styrol-Phenol-Kondensat,  
30 (D) mindestens einen Polyethylenglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,  
(E) mindestens ein Alkindiol,

- (F) Fette und Öle pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigte und ungesättigte höhere Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salze solcher gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
- (G) gegebenenfalls eine wässrige Acrylatharzlösung,
- 5 (H) gegebenenfalls ein polymeres Kondensationsprodukt aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
- (I) gegebenenfalls einen Sulfobernsteinsäure-Halbester eines Rizinusölalkoxylats,
- 10 (J) gegebenenfalls eine hydrotrope Substanz,
- (K) gegebenenfalls weitere für wässrige Pigmentpräparationen übliche Zusatzstoffe, und
- (L) Wasser.
- 15 Bevorzugte Pigmentpräparationen bestehen im wesentlichen aus
- (A) 5 bis 80 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 70 Gew.-%, insbesondere 30 bis 50 Gew.-%, mindestens eines organischen und/oder anorganischen Pigments,
- (B) 0,1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-%, mindestens eines mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenlykolalkylethers,
- 20 (C) 0,1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-%, mindestens eines alkoxylierten Styrol-Phenol-Kondensats,
- (D) 0,5 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 20 Gew.-%, mindestens eines Polyethylenlykolethers mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
- 25 (E) 0,1 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-%, mindestens eines Alkindiols,
- (F) 0,1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 5 Gew.-%, an Fetten und Ölen pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salzen
- 30 dieser gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
- (G) 0 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 25 Gew.-%, einer wässrigen Acrylatharzlösung,

- (H) 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 5 Gew.-%, eines polymeren Kondensationsproduktes aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
- (I) 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 8 Gew.-%, mindestens eines Sulfobernsteinsäure-Halbesters eines Rizinusölethoxylats,
- (J) 0 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 20 Gew.-%, mindestens einer hydrotropen Substanz,
- (K) 0 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 5 Gew.-%, weiterer für wässrige Pigmentpräparationen üblicher Zusatzstoffe und
- (L) 5 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 70 Gew.-%, an Wasser, wobei die Gewichtsprozente jeweils auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation bezogen sind.
- Im Falle dass eine oder mehrere der Komponenten G, H, I, J und K vorhanden sind, beträgt deren Minimalkonzentration unabhängig voneinander zweckmäßigerweise mindestens 0,01 Gew.-%, bevorzugt mindestens 0,1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

- Die Komponente (A) der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation ist ein feinteiliges organisches oder anorganisches Pigment oder ein Gemisch verschiedener organischer und/oder anorganischer Pigmente. Dabei können die Pigmente sowohl in Form trockenen Pulvers als auch als wasserfeuchter Presskuchen eingesetzt werden.
- Als organische Pigmente kommen Monoazo-, Disazo-, verlackte Azo-,  $\beta$ -Naphthol-, Naphthol AS-, Benzimidazolon-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-Pigmente und polycyclische Pigmente wie z.B. Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Thioindigo-, Anthranthron-, Anthrachinon-, Flavanthron-, Indanthron-, Isoviolanthron-, Pyranthron-, Dioxazin-, Chinophthalon-, Isoindolinon-, Isoindolin- und Diketopyrrolopyrrol-Pigmente oder Ruße in Betracht.
- Von den genannten organischen Pigmenten sind diejenigen besonders geeignet, deren anhand eines Blaumaßstabs ermittelte Lichtechtheit mit einer Note größer 5, insbesondere größer 6, beurteilt wird. Zudem sollten die für die Herstellung der Präparationen verwendeten Pigmente möglichst feinteilig sein, wobei bevorzugt 95 % und besonders bevorzugt 99% der Pigmentpartikel eine Teilchengröße

≤ 500 nm besitzen. In Abhängigkeit vom verwendeten Pigment kann sich die Morphologie der Pigmenteilchen sehr stark unterscheiden, und dementsprechend kann auch das Viskositätsverhalten der Pigmentpräparationen in Abhängigkeit von der Teilchenform sehr unterschiedlich sein. Um ein ideales, newton'sches

- 5 Viskositätsverhalten der Präparationen zu erhalten, sollten die Teilchen bevorzugt eine kugelförmige bis würfelförmige (mit abgeflachten Ecken) Gestalt besitzen.

Als beispielhafte Auswahl besonders bevorzugter organischer Pigmente sind dabei

Rußpigmente, wie z.B. Gas- oder Furnaceruße; Monoazo- und Disazopigmente,

- 10 insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 1, Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 12, Pigment Yellow 13, Pigment Yellow 14, Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 17, Pigment Yellow 73, Pigment Yellow 74, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, Pigment Yellow 87, Pigment Yellow 97, Pigment Yellow 111, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 128, Pigment Yellow 155,

- 15 Pigment Yellow 174, Pigment Yellow 176, Pigment Yellow 191, Pigment Yellow 213, Pigment Yellow 214, Pigment Red 38, Pigment Red 144, Pigment Red 214, Pigment Red 242, Pigment Red 262, Pigment Red 266, Pigment Red 269, Pigment Red 274, Pigment Orange 13, Pigment Orange 34 oder Pigment Brown 41; β-Naphthol- und Naphthol AS-Pigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 2,

- 20 Pigment Red 3, Pigment Red 4, Pigment Red 5, Pigment Red 9, Pigment Red 12, Pigment Red 14, Pigment Red 53:1, Pigment Red 112, Pigment Red 146, Pigment Red 147, Pigment Red 170, Pigment Red 184, Pigment Red 187, Pigment Red 188, Pigment Red 210, Pigment Red 247, Pigment Red 253, Pigment Red 256, Pigment Orange 5, Pigment Orange 38 oder Pigment Brown 1; verlackte Azo- und

- 25 Metallkomplexpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:3, Pigment Red 48:4, Pigment Red 57:1, Pigment Red 257, Pigment Orange 68 oder Pigment Orange 70; Benzimidazolinpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 120, Pigment Yellow 151, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 175, Pigment Yellow 180, Pigment Yellow 181, Pigment Yellow

- 30 194, Pigment Red 175, Pigment Red 176, Pigment Red 185, Pigment Red 208, Pigment Violet 32, Pigment Orange 36, Pigment Orange 62, Pigment Orange 72 oder Pigment Brown 25; Isoindolinon- und Isoindolinpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 139 oder Pigment Yellow 173; Phthalocyaninpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Blue 15,

Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 15:6, Pigment Blue 16, Pigment Green 7 oder Pigment Green 36; Anthanthron-, Anthrachinon-, Chinacridon-, Dioxazin-, Indanthron-, Perylen-, Perinon- und Thioindigopigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment

- 5     Yellow 196, Pigment Red 122, Pigment Red 149, Pigment Red 168, Pigment Red 177, Pigment Red 179, Pigment Red 181, Pigment Red 207, Pigment Red 209, Pigment Red 263, Pigment Blue 60, Pigment Violet 19, Pigment Violet 23 oder Pigment Orange 43; Triarylcarboniumpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 169, Pigment Blue 56 oder Pigment Blue 61;

- 10    Diketopyrrolopyrrolpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 254 zu nennen.

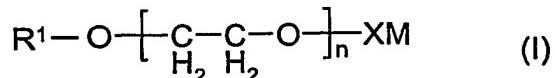
Geeignete anorganische Pigmente sind beispielsweise Titandioxide, Zinksulfide, Eisenoxide, Chromoxide, Ultramarin, Nickel- oder Chromantimontitanoxide, Cobaltoxide, Mischoxide des Cobalts und Aluminiums, Bismutvanadate sowie

- 15    Verschnittpigmente.

Anstelle von Pigmentdispersionen lassen sich auch Dispersionen herstellen, die als Feststoffe beispielsweise feinteilige Erze, Mineralien, schwer- oder unlösliche Salze, Wachs- oder Kunststoffteilchen, Farbstoffe, Pflanzenschutz- und

- 20    Schädlingsbekämpfungsmittel, UV-Absorber, optische Aufheller und Polymerisationsstabilisatoren enthalten.

Als Komponente (B) kommen bevorzugt Verbindungen der Formel (I) infrage:



- 25    worin

$\text{R}^1$  ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkyrest oder ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest, wobei die Substituenten 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Aryl,

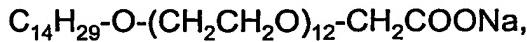
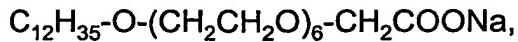
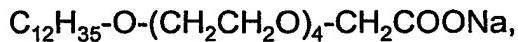
- 30    Aryl(C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>)alkyl, C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-Cycloalkyl, Hetaryl, Hetaryl(C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>)alkyl oder C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkoxy sind,

n eine Zahl von 1 bis 100, bevorzugt 2 bis 35,

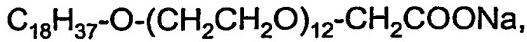
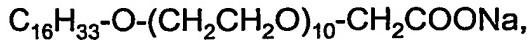
X SO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>2</sub><sup>-</sup>, CH<sub>2</sub>COO<sup>-</sup>, PO<sub>3</sub><sup>2-</sup> oder PO<sub>3</sub>M<sup>-</sup>, und

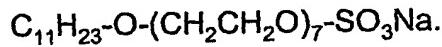
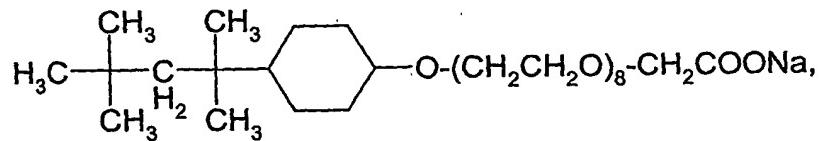
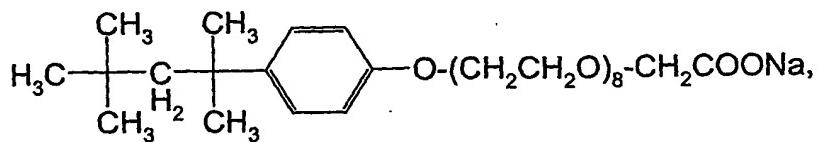
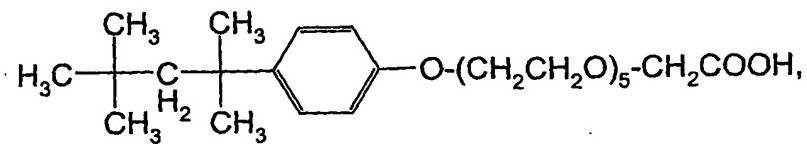
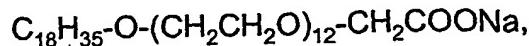
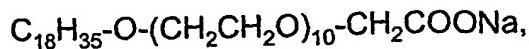
- M H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation,  $\text{NH}_4^+$ , ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion, oder eine Kombination davon, bedeuten.
- 5 Unter „Aryl“ versteht man hierbei sowie auch bei den nachstehenden Definitionen einen aromatischen Rest, der bevorzugt 6 bis 15 C-Atome enthält. Beispiele hierfür sind Phenyl, Naphthyl, Anthryl und Phenanthryl. Unter „Hetaryl“ versteht man dabei sowie auch in den nachstehenden Definitionen einen aromatischen Rest, der bevorzugt neben 1 bis 10 C-Atomen 1, 2, 3 oder 4 Heteroatome aus der Gruppe O, N, S oder P enthält. Beispiele hierfür sind Pyrrolyl, Furyl, Thiophenyl, Indolyl, Isoindolyl, Indolizinyl, Benzofuryl, Benzothiophenyl, Pyrazolyl, Imidazolyl, Oxazolyl, Isoxazolyl, Thiazolyl, Isothiazolyl, Triazolyl, Tetrazolyl, Pyridyl, Chinolinyl, Isochinolinyl, Pyridazinyl, Pyrimidinyl, Pyrazinyl und Triazinyl.
- 10 15 In besonders bevorzugten Verbindungen der Formel (I) bedeutet  $R^1$   $C_{12}\text{-}C_{18}$ -Alkyl (verzweigt oder unverzweigt) oder  $C_{12}\text{-}C_{18}$ -Alkenyl (verzweigt oder unverzweigt), die durch 1, 2, 3 oder 4 Substituenten aus der Gruppe Halogen, wie z.B. F, Cl oder Br, Aryl, Aryl( $C_1\text{-}C_4$ )alkyl, Hetaryl, Hetaryl( $C_1\text{-}C_4$ )alkyl oder  $C_1\text{-}C_4$ -Alkoxy substituiert sein können, X ist vorzugsweise  $\text{CH}_2\text{COO}^-$  und M ist vorzugsweise  $\text{H}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ , 20  $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_3^+$ ,  $(\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2)_2\text{NH}_2^+$  oder  $(\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2)_3\text{NH}^+$ .

Beispiele für Verbindungen der Formel (I) sind:



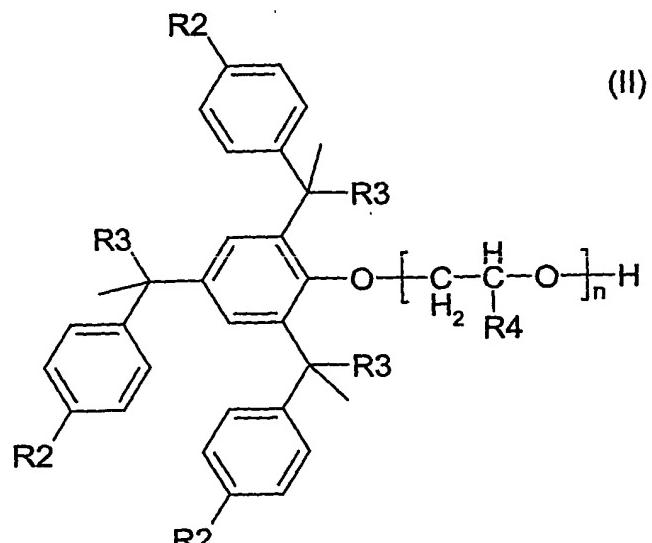
25

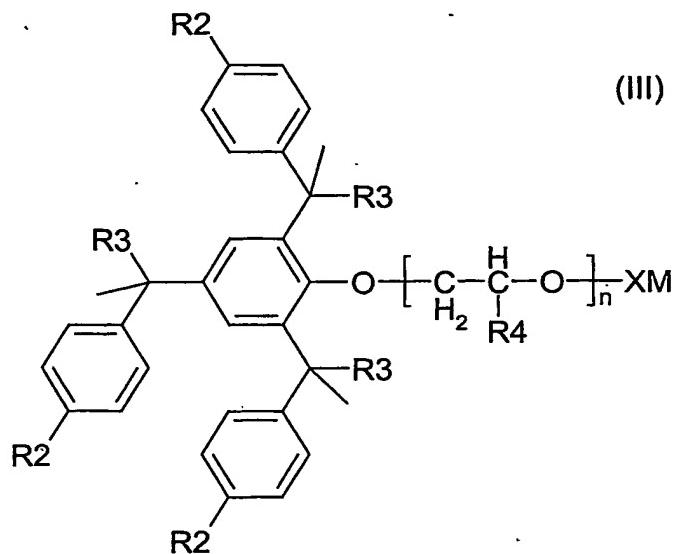




5 Derartige Verbindungen sind aus CH-A-324 665 und CH-A-283 986 bekannt.

Als Komponente (C) kommen bevorzugt alkoxylierte Styrol-Phenol-Kondensate der Formel (II) oder (III) oder deren Gemische in Betracht:





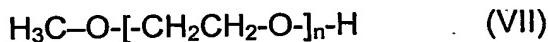
worin

- $R^2$  H, ein verzweigter oder unverzweigter  $C_1-C_{20}$ -Alkyl- oder  $C_3-C_{20}$ -Cycloalkylrest  
oder ein verzweigter oder unverzweigter  $C_2-C_{20}$ -Alkenyl- oder  $C_3-C_{20}$ -Cycloalkenylrest, bevorzugt H oder ein  $C_1-C_4$ -Alkylrest,
- $R^3$  und  $R^4$  unabhängig voneinander H, ein verzweigter oder unverzweigter  $C_1-C_{20}$ -Alkyl- oder  $C_3-C_{20}$ -Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter  $C_2-C_{20}$ -Alkenyl- oder  $C_3-C_{20}$ -Cycloalkenylrest, bevorzugt H oder  $CH_3$ ,
- n eine Zahl von 1 bis 100, vorzugsweise von 10 bis 60,
- X  $CO-R^5-COO^-$ ,  $SO_3^-$ ,  $SO_2^-$ ,  $PO_3^{2-}$  oder  $PO_3M^-$ ,
- $R^5$  ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter  $C_1-C_{20}$ -Alkenylrest, ein substituierter, unsubstituierter oder verzweigter oder unverzweigter  $C_1-C_{20}$ -Alkenylrest, oder ein substituierter oder unsubstituierter Arylenrest, wobei die Substituenten bevorzugt 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Hydroxy,  $C_1-C_4$ -Alkoxy, Nitro, Cyano, Carboxy, Amino oder Sulfo sind, bevorzugt  $CH=CH$ ,  $CH(SO_3M)-CH_2$  oder  $CH_2-CH(SO_3M)$ , und
- M H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation,  $NH_4^+$ , ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion bedeuten, vorzugsweise  $H^+$ ,  $Li^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $HO-CH_2-CH_2-NH_3^+$ ,  $(HO-CH_2-CH_2)_2NH_2^+$  oder  $(HO-CH_2-CH_2)_3NH^+$ .

Derartige Verbindungen sind beispielsweise aus DE-A-197 12 486 bekannt.

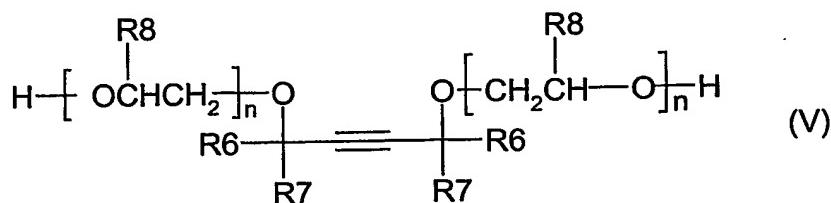
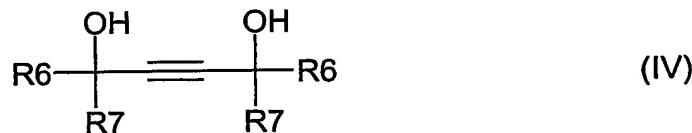
Der Komponente (D) entsprechen Polyethylenglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol, vorzugsweise von 200 bis 800 g/mol, besonders bevorzugt von 200 bis 600 g/mol. Eine besonders bevorzugte Verbindung ist ein  $\alpha$ -Methyl- $\omega$ -hydroxy-polyethylenglykolether der Formel (VII):

5



mit  $n = 9$  bis 22 (Durchschnitt).

- 10 Der bevorzugte  $\alpha$ -Methyl- $\omega$ -hydroxy-polyethylenglykolether im Sinne der vorliegenden Erfindung kann noch Anteile von nichtmethyliertem Polyglykolether enthalten. Derartige Produkte sind kommerziell erhältlich und sind beispielsweise aus DE-A-101 33 641 bekannt.
- 15 Als Komponente (E) eignen sich Verbindungen der Formel (IV) oder (V) oder deren Gemische:



20

worin

- $\text{R}^6$  unabhängig voneinander H oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Alkenylrest, bevorzugt CH<sub>3</sub>,
- $\text{R}^7$  unabhängig voneinander ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest, bevorzugt ein C<sub>3</sub>-C<sub>7</sub>-Alkylrest,

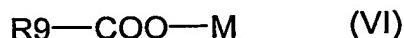
R<sup>8</sup> unabhängig voneinander H, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest, bevorzugt H und CH<sub>3</sub>,  
n eine Zahl von 1 bis 100, bevorzugt 4 bis 40, ist.

5

Verbindungen dieser Art sind kommerziell als Entschäumer-Formulierungen erhältlich.

Unter den Fetten und Ölen pflanzlicher und tierischer Herkunft der Komponente (F)

10 ist besonders Rindertalg, Palmkernfett, Kokosfett, Rapsöl, Sonnenblumenöl, Leinöl, Palmöl, Sojaöl, Erdnussöl und Walöl bevorzugt. Weiterhin wird auch Baumwollsaatöl, Maisöl, Mohnöl, Olivenöl, Rizinusöl, Rüböl, Safloröl, Sojabohnenöl, Sonnenblumenöl, Heringöl, Sardinenöl verwendet. Den gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren und den Salzen der gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren  
15 der Komponente (F) entsprechen Verbindungen der Formel (VI):



worin

R<sup>9</sup> ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkyl- oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkenyl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkadienyl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkatrienyl-Rest und  
20 M H, ein einwertiges Metallkation, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion bedeuten.  
25 Besonders bevorzugt sind: Palmitinsäure, Cyprylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure, Linolensäure, Capronsäure, Caprylsäure, Arachinsäure, Behensäure, Palmitoleinsäure, Gadoleinsäure, Erucasäure und Ricinolsäure.

30 Die Komponente (G) ist eine wässrige, vorzugsweise 5 bis 40 gew.-%ige, Acrylatharzlösung aus gelösten Polyacrylaten, die mit Hilfe von Basen durch Neutralisation der vinylischen Säurebausteine in Lösung gebracht wurden. Die hierzu verwendeten Polyacrylate stellen Copolymeren dar, die im wesentlichen aus 30 bis 80 Mol-% Monoalkylenaromaten und 20 bis 70 Mol-% Acryl- und/oder Methacrylsäuren

und/oder Estern der Acryl- und/oder Methacrylsäure bestehen. Die verwendeten Polyacrylate weisen zahlenmittlere Molmassen  $M_n$  zwischen 1000 und 100000 g/mol, vorzugsweise 2000 bis 50000 g/mol, auf. Derartige wässrige Acrylatharzlösung aus gelösten Polyacrylaten sind beispielsweise aus DE-A-101 35 140 bekannt.

5

Die zur Herstellung dieser Polyacrylate verwendeten Monoalkylenaromaten können Styrol,  $\alpha$ -Methylstyrol, Divinylbenzol und Vinyltoluol oder Gemische aus diesen sein.

Die zu den Acryl- und/oder Methacrylsäuren und/oder Estern der Acryl- und/oder Methacrylsäure zählenden Monomere können aus mindestens einem der folgenden

- 10 Monomere bestehen: Acrylsäure, Methacrylsäure, Itaconsäure, Methylacrylat, Ethylacrylat, n-Propylacrylat, n-Butylacrylat, Isopropylacrylat, Isobutylacrylat, n-Amylacrylat, n-Hexylacrylat, Isoamylacrylat, 2-Hydroxyethylacrylat, 2-Hydroxypropylacrylat, N,N-Dimethylaminoethylacrylat, N,N-Diethylaminoethylacrylat, N,N-Dimethylaminopropylacrylat, N,N-Diethylaminopropylacrylat,
- 15 t-Butylaminoethylacrylat, 2-Sulfoethylacrylat, Trifluorethylacrylat, Glycidylacrylat, Benzylacrylat, Allylacrylat, 2-n-Butoxyethylacrylat, 2-Chlorethylacrylat, sec.-Butylacrylat, tert.-Butylacrylat, 2-Ethylbutylacrylat, Cinnamylacrylat, Crotylacrylat, Cyclohexylacrylat, Cyclopentylacrylat, 2-Ethoxyethylacrylat, Furfurylacrylat, Hexafluorisopropylacrylat, Methallylacrylat, 3-Methoxybutylacrylat, 2-Methoxybutyl-
- 20 acrylat, 2-Nitro-2-methylpropylacrylat, n-Hexylacrylat, n-Octylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Phenoxyethylacrylat, 2-Phenylethylacrylat, Phenylethylacrylat, Propargylacrylat, Tetrahydrofurfurylacrylat, Tetrahydropyranylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylmethacrylat, n-Propylmethacrylat, n-Butylmethacrylat,
- 25 Isopropylmethacrylat, Isobutylmethacrylat, n-Amylmethacrylat, n-Hexylmethacrylat, Isoamylmethacrylat, 2-Hydroxyethylmethacrylat, 2-Hydroxypropylmethacrylat, N,N-Dimethylaminoethylmethacrylat, N,N-Diethylaminoethylmethacrylat, N,N-Dimethylaminopropylmethacrylat, N,N-Diethylaminopropylmethacrylat, t-Butylaminoethylmethacrylat, 2-Sulfoethylmethacrylat, Trifluorethylmethacrylat, Glycidylmethacrylat, Benzylmethacrylat, Allylmethacrylat, 2-n-Butoxyethyl-
- 30 methacrylat, 2-Chlorethylmethacrylat, sec.-Butylmethacrylat, tert.-Butylmethacrylat, 2-Ethylbutylmethacrylat, Cinnamylmethacrylat, Crotylmethacrylat, Cyclohexylmethacrylat, Cyclopentylmethacrylat, 2-Ethoxyethylmethacrylat, Furfurylmethacrylat, Hexafluorisopropylmethacrylat, Methallylmethacrylat,

3-Methoxybutylmethacrylat, 2-Methoxybutylmethacrylat, 2-Nitro-2-methylpropylmethacrylat, n-Hexylmethacrylat, n-Octylmethacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, 2-Phenoxyethylmethacrylat, 2-Phenylethylmethacrylat, Phenylethylmethacrylat, Propargylmethacrylat, Tetrahydrofurfurylmethacrylat,

5    Tetrahydropyranylmethacrylat.

Als Komponente (H) besonders bevorzugt ist das polymere Kondensationsprodukt des Natriumsalzes von 2-Naphthalensulfonsäure mit Formaldehyd. Derartige polymere Kondensationsprodukte aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd

10   bzw. deren Salzen sind z.B. aus EP-B-1 165 696 bekannt.

Die Komponente (I) ist vorzugsweise ein Sulfobernsteinsäure-Halbester eines Rizinusölethoxylats und/oder -propoxylats, bzw. dessen Natriumsalz. Verbindungen dieser Art sind aus EP-A-0 582 928 bekannt.

15

Der Komponente (J) entsprechen hydrotrope Substanzen. Solche Verbindungen, die gegebenenfalls auch als Lösungsmittel dienen, können beispielsweise Formamid, Harnstoff, Tetramethylharnstoff,  $\epsilon$ -Caprolactam, Ethylenglykol, Propylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Polyethylenglykol, Butylglykol, Methylcellosolve, Glycerin, N-Methylpyrrolidon, 1,3-Diethyl-2-imidazolidinon, Thiodiglykol, Natrium-Benzolsulfonat, Natrium-Xylolsulfonat, Natrium-Toluolsulfonat, Natrium-Cumolsulfonat, Natrium-Dodecylsulfonat, Natrium-Benzoat, Natrium-Salicylat oder Natrium-Butyrimonoglykolsulfat sein.

25

Als übliche Zusatzstoffe (Komponente K) kommen weitere kationische, anionische, amphotere oder nicht ionogene Tenside und die Pigmentbenetzung fördernde Substanzen (Netzmittel), sowie Antiabsetzmittel, Konservierungsstoffe, Lichtschutzmittel, Antioxidantien, Entgaser/Entschäumer, schaumreduzierende Mittel, Füllstoffe, Mahlhilfsmittel, Viskositätsstabilisatoren und Additive, welche die Rheologie günstig beeinflussen, in Betracht. Als Mittel zur Regulierung der Viskosität kommen z.B. Polyvinylalkohol und Cellulosederivate infrage. Wasserlösliche natürliche oder künstliche Harze sowie Polymere als Filmbildner bzw. Bindemittel zur Erhöhung von Haft- und Abriebfestigkeit kommen ebenso in Betracht. Als pH-Regulatoren kommen organische oder anorganische Basen und Säuren zum

30

Einsatz. Bevorzugte organische Basen sind Amine, wie z.B. Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, N,N-Dimethylethanolamin, Diisopropylamin, Aminomethylpropanol oder Dimethylaminomethylpropanol. Bevorzugte anorganische Basen sind Natrium-, Kalium-, Lithiumhydroxid oder Ammoniak.

5

Zur Herstellung der Pigmentpräparationen benutztes Wasser, Komponente (L), wird vorzugsweise in Form von destilliertem oder entsalztem Wasser eingesetzt. Auch Trinkwasser (Leitungswasser) und/oder Wasser natürlichen Ursprungs kann eingesetzt werden.

10

Die erfindungsmäßigen Pigmentpräparationen sind in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar, wobei sich auch mehrere unterschiedliche Präparationen mit Wasser mischen lassen. Sie zeichnen sich gegenüber herkömmlichen Pigmentpräparationen zur Papiermassefärbung durch eine hervorragende Scherstabilität aus. Selbst bei

15

starker Scherung des Anwendungsmediums in der Papiermaschine kommt es zu keinem oder nur einem geringen Farbstärkeabfall von maximal 4%. Zusätzlich verfügen die erfindungsmäßigen Pigmentpräparationen über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknen zu einem homogenen elastischen Film, der nicht in die Dispersion abblättert. Somit kommt es auch nicht zu einer Streifen- und

20

Stippenbildung bei der Applikation. Die Pigmentpräparationen besitzen eine gute Lagerbeständigkeit und weisen eine sehr geringe Agglomerations- und Sedimentationsneigung auf. Besonders zu betonen ist, dass die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen bei der Applikation in der Papiermaschine keinen oder nur sehr wenig Schaum erzeugen. Ferner ist bei diesen Pigmentdispersionen während der Applikation eine sehr gute Retention und Penetration sichergestellt. Die Pigmentpräparationen verfügen über hohe Farbstärke, definierte Farbtöne, hohe Licht- und Ausblutechtheit und niedrige Viskosität mit guten rheologische Eigenschaften und annähernd newton'schem Fließverhalten.

25

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen, dadurch gekennzeichnet, dass man die Komponente (A) in Form von Pulver, Granulat oder wässrigem Presskuchen in Gegenwart von Wasser (L) sowie der Komponenten (B), (C), (D), (E) und (F) in an sich üblicher Weise dispergiert, anschließend gegebenenfalls Wasser (L), sowie

gegebenenfalls (G) und/oder (H) und/oder (I) und/oder (J) und/oder (K) zumischt und die erhaltende wässrige Pigmentdispersion mit Wasser auf die gewünschte Konzentration einstellt. Vorzugsweise werden die Komponenten (B), (C), (D), (E), (F), (L) und gegebenenfalls (G) und/oder (H) und/oder (I) und/oder (J) und/oder (K)

- 5 zunächst vermischt und homogenisiert, dann die Komponente (A) in die vorgelegte Mischung eingerührt, wobei das Pigment angeteigt und vordispersiert wird. Je nach Kornhärté der eingesetzten Pigmente wird anschließend gegebenenfalls unter Kühlung mit Hilfe eines Mahl- oder Dispergieraggregats feindispersiert oder feinverteilt. Dazu können Rührwerke, Dissolver (Sägezahnührer), Rotor-Stator-  
10 Mühlen, Kugelmühlen, Rührwerkskugelmühlen wie Sand- und Perlmühlen, Schnellmischer, Knetapparaturen, Walzenstühle oder Hochleistungsperlmühlen verwendet werden. Die Feindispersierung bzw. Mahlung der Pigmente erfolgt bis zur gewünschten Teilchengrößenverteilung und kann bei Temperaturen im Bereich von 0 bis 100°C erfolgen, zweckmäßig bei einer Temperatur zwischen 10 und 70°C,  
15 vorzugsweise bei 20 bis 60°C. Im Anschluss an die Feindispersierung kann die Pigmentpräparation mit Wasser, vorzugsweise entionisiertem oder destilliertem Wasser, weiter verdünnt werden.

- Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen eignen sich zum Pigmentieren und  
20 Färben von makromolekularen Materialien aller Art, z.B. von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien, bevorzugt Cellulosefasern, insbesondere zur Papiermassefärbung, besonders für die Laminateinfärbung.

- 25 Ferner eignen sich die erfindungsgemäßen Pigmentpräparation zur Pigmentierung bzw. Herstellung von Anstrich- und Dispersionsfarben, Dispersionsslacken, Druckfarben, hierbei beispielsweise Textildruck-, Flexodruck-, Dekordruck- oder Tiefdruckfarben, Tapetenfarben, wasserverdünnbaren Lacken, Holzschutzsystemen, Viskose-Spinnfärbungen, Lacken, Wurstdärmen, Saatgut, Düngemittel, Glasflaschen, sowie zur Massefärbung von Dachziegeln, zur Einfärbung für Putze, Holzbeizen,  
30 Buntstiftminen, Faserschreiber, Wachse, Paraffine, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmittel, Schuhpflegemittel, Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen bzw. hochmolekularen Materialien. Hochmolekulare organische Materialien sind beispielsweise Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose,

Celluloseacetat oder Cellulosebutyrat, natürliche Harze oder Kunstharze, wie Polymerisationsharze oder Kondensationsharze, z.B. Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melaminformaldehydharze, Alkydharze, Acrylharze, Phenoplaste, Polycarbonate, Polyolefine, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylen,

- 5 Polypropylen, Polyacrylnitril, Polyacrylsäureester, Polyamide, Polyurethane oder Polyester, Gummi, Casein, Latices, Silikon, Silikonharze, einzeln oder in Mischung.

Weiterhin eignen sich die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen zur Herstellung von Drucktinten für den Einsatz in allen konventionellen Ink-Jet-Druckern,

- 10 insbesondere für solche, die auf dem Bubble-Jet- oder Piezo-Verfahren beruhen. Mit diesen Drucktinten kann Papier bedruckt werden, sowie natürliche oder synthetische Fasermaterialien, Folien und Kunststoffe. Zudem können die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen zum Bedrucken verschiedenster Arten von beschichteten oder unbeschichteten Substratmaterialien verwendet werden, so z.B. zum Bedrucken von  
 15 Pappe, Karton, Holz und Holzwerkstoffen, metallischen Materialien, Halbleitermaterialien, keramischen Materialien, Gläsern, Glas- und Keramikfasern, anorganischen Werkstoffen, Beton, Leder, Lebensmitteln, Kosmetika, Haut und Haaren. Das Substratmaterial kann dabei zweidimensional eben oder räumlich ausgedehnt, d.h. dreidimensional gestaltet sein und sowohl vollständig oder nur  
 20 teilweise bedruckt oder beschichtet werden.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen sind außerdem geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie z.B. Ein- oder Zweikomponentenpulvertonern (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler  
 25 genannt), Magnettoner, Flüssigtoner, Latextoner, Polymerisationstoner sowie Spezialtoner. Typische Tonerbindemittel hierbei sind Polymerisations-, Polyadditions- und Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-, Polyester-, Phenol-Epoxidharze, Polysulfone, Polyurethane, einzeln oder in Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie  
 30 Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im Nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

Ferner sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen außerdem geeignet als Farbmittel in Pulver und Pulverlacken, insbesondere in triboelektrisch oder

elektrokinetisch versprühbaren Pulverlacken, die zur Oberflächenbeschichtung von Gegenständen aus beispielsweise Metall, Holz, Kunststoff, Glas, Keramik, Beton, Textilmaterial, Papier oder Kautschuk zur Anwendung kommen. Als Pulverlackharze werden hier typischerweise Epoxidharze, carboxyl- und hydroxylgruppenhaltige

- 5 Polyesterharze, Polyurethan- und Acrylharze zusammen mit üblichen Härtern eingesetzt. Auch Kombinationen von Harzen finden Verwendung. So werden beispielsweise häufig Epoxidharze in Kombination mit carboxyl- und hydroxylgruppenhaltigen Polyesterharzen eingesetzt. Typische Härterkomponenten (in Abhängigkeit vom Harzsystem) sind beispielsweise Säureanhydride, Imidazole  
10 sowie Dicyandiamid und deren Abkömmlinge, verkappte Isocyanate, Bisacylurethane, Phenol- und Melaminharze, Triglycidylisocyanurate, Oxazoline und Dicarbonsäuren.

Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen als Farbmittel in

- 15 Tinten, vorzugsweise Ink-Jet Tinten, wie z.B. auf wässriger oder nichtwässriger Basis ("Solvent Based"), Mikroemulsionstinten, UV-härtbare Tinten sowie in solchen Tinten, die nach dem Hot-Melt-Verfahren funktionieren, geeignet. Ink-Jet-Tinten enthalten im allgemeinen insgesamt 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, (trocken gerechnet) der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation. Mikroemulsionstinten  
20 basieren auf organischen Lösemitteln, Wasser und ggf. einer zusätzlichen hydrotropen Substanz (Grenzflächenvermittler). Mikroemulsionstinten enthalten 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation, 5 bis 99 Gew.-% Wasser und 0,5 bis 94,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindung. "Solvent Based" Ink-Jet-Tinten  
25 enthalten vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation, 85 bis 99,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindungen. UV-härtbare Tinten enthalten im wesentlichen 0,5 bis 30 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation, 0,5 bis 95 Gew.-% Wasser, 0,5 bis 95 Gew.-% eines organischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches,  
30 0,5 bis 50 Gew.-% eines strahlungshärtbaren Bindemittels und gegebenenfalls 0 bis 10 Gew.-% eines Photoinitiators. Hot-Melt-Tinten basieren meist auf Wachsen, Fettsäuren, Fettalkoholen oder Sulfonamiden, die bei Raumtemperatur fest sind und bei Erwärmen flüssig werden, wobei der bevorzugte Schmelzbereich zwischen ca. 60°C und ca. 140°C liegt. Hot-Melt-Ink-Jet-Tinten bestehen z.B. im wesentlichen aus

20 bis 90 Gew.-% Wachs und 1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation. Weiterhin können 0 bis 20 Gew.-% eines zusätzlichen Polymers (als „Farbstofflöser“), 0 bis 5 Gew.-% Dispergierhilfsmittel, 0 bis 20 Gew.-% Viskositätsveränderer, 0 bis 20 Gew.-% Plastifizierer, 0 bis 10 Gew.-%

- 5 Klebrigkeitszusatz, 0 bis 10 Gew.-% Transparenzstabilisator (verhindert z.B. Kristallisation der Wachse) sowie 0 bis 2 Gew.-% Antioxidans enthalten sein.

Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen auch geeignet als Farbmittel für Farbfilter („Colour Filter“) für „Flat Panel Displays“, sowohl für die

- 10 additive wie für die subtraktive Farberzeugung, ferner für „Photo-Resists“, sowie als Farbmittel für elektronische Tinten („Electronic Inks“ bzw. „e-inks“) oder elektronisches Papier („Electronic Paper“ bzw. „e-paper“).

Die Bestimmung der Farbstärke und des Farbtons erfolgte nach DIN 55986. Die

- 15 Bestimmung des Schaumvermögens erfolgte nach DIN 53902. Ferner wurde die Bestimmung des Schaumverhaltens nach einer internen Methode durchgeführt, um hohe Fließgeschwindigkeiten der Dispersionen zu simulieren. Dazu wurden die Dispersionen mittels einer Schlauchpumpe mit hoher Fließgeschwindigkeit kontinuierlich in einen Glaszyylinder gespritzt. Außerdem wurde das
- 20 Schaumvermögen mit Hilfe eines Schaummessgeräts der Firma Sita (Sita Foam Tester R-2000) ermittelt.

Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen wurde durch eine interne Messmethode ermittelt. Dazu wurden mit Hilfe kationischer Epichlorhydrinharze die anionisch geladenen Pigmente in einer Zellstoffssuspension geflockt (Simulation der Pulpe). Die

- 25 Scherung wurde mit Hilfe eines handelsüblichen Küchenmixers (hier Braun MX 32) unter Einstellung einer hohen Rotationsgeschwindigkeit durchgeführt. Nachfolgend wurde aus der Pulpe Papier hergestellt und die Farbstärke einer gescherten zu einer ungescherten Dispersion verglichen.

- Die Beurteilung der Eintrocknenbeständigkeit erfolgte, indem die Pigmentpräparation mit einem 200 µm Rakel auf eine Polyester-Klarsichtfolie aufgezogen und klimatisiert gelagert wurde. Nach wenigen Minuten, einer halben Stunde, einem Tag, drei und sieben Tagen wurde eine Bestimmung der Eintrocknung vorgenommen.

Die Viskosität wurde mit einem Kegel-Platte-Viskosimeter (Roto Visco 1) der Firma Haake bei 20°C bestimmt (Titankegel: Ø 60 mm, 1°), wobei die Abhängigkeit der

Viskosität von dem Schergefälle in einem Bereich zwischen 0 und  $200\text{ s}^{-1}$  untersucht wurde. Die Viskositäten wurden bei einem Schergefälle von  $60\text{ s}^{-1}$  gemessen. Für eine Beurteilung der Lagerstabilität der Dispersionen wurde die Viskosität direkt nach der Herstellung der Präparation gemessen, sowie nach vierwöchiger Lagerung bei

- 5 50°C und nach Lagerung in einer Klimakammer mit < 0°C.

### Beispiele

#### Herstellung einer Pigmentpräparation

10

Das Pigment wurde, entweder als Pulver, Granulat oder als Presskuchen, zusammen mit den Dispergiermitteln und den anderen Zusätzen in entionisiertem Wasser angeteigt und dann mit einem Dissolver (z.B. von der Firma VMA-Getzmann GmbH, Type AE3-M1) oder einer anderen geeigneten Apparatur homogenisiert und

15

vordispersiert. Die anschließende Feindispersierung erfolgte mit Hilfe einer Perlühle (z.B. mit AE3-M1 von VMA-Getzmann) oder aber einem anderen geeigneten Dispergieraggregat, wobei die Mahlung mit Siliquatritperlen oder Zirkonmischoxidperlen der Größe  $d = 1\text{ mm}$  unter Kühlung bis zur gewünschten Farbstärke und Coloristik erfolgte. Im Anschluss wurde die Dispersion mit

20

entionisiertem Wasser auf die gewünschte Pigmentendkonzentration eingestellt, die Mahlkörper abgetrennt und die Pigmentpräparation isoliert.

25

Die in den folgenden Beispielen beschriebenen Pigmentpräparationen wurden nach dem zuvor beschriebenen Verfahren hergestellt, wobei die folgenden Bestandteile in den angegebenen Mengen so verwendet wurden, dass 100 Teile der jeweiligen Pigmentpräparation entstehen. In den nachfolgenden Beispielen bedeuten Teile Gewichtsteile.

#### Beispiel 1

30

- |           |  |
|-----------|--|
| 35 Teile  | C.I. Pigment Red 176 (Komponente A),   |
| 3 Teile   | Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$ , $n = 8$ , $X = CH_2COO^-$ ,   |
|           | $M = Na^+$ (Komponente B),   |
| 2,4 Teile | Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2$ , $R^3$ , $R^4 = H$ , $n = 29$ (Durchschnitt) |

|            |  |
|------------|--|
|            | (Komponente C),  |
| 5 Teile    | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit n = 10 (Durchschnitt)  |
|            | (Komponente D),  |
| 0,5 Teile  | Verbindung der Formel (IV) mit R <sup>6</sup> = CH <sub>3</sub> , R <sup>7</sup> = C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> (Komponente E),  |
| 5 1 Teil   | Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure (Komponente F), |
| 10 2 Teile | Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd (Komponente H),   |
| 0,2 Teile  | Konservierungsmittel   |
| Rest       | Wasser.  |

Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die Präparation als schaumfrei zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszyylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr geringen Schaumbildung. Das mit Hilfe des Sita Foam Tester R-2000 determinierte Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als sehr gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit sehr gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 1 % an Farbstärke verglichen mit einer ungescherten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 15 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.

#### Vergleichsbeispiel 1a (ohne Komponente F)

|           |  |
|-----------|--|
| 30        | C.I. Pigment Red 176 (Komponente A),   |
| 35 Teile  | Dispergiermittel der Formel (I) mit R <sup>1</sup> = C <sub>18</sub> H <sub>35</sub> , n = 8, X = CH <sub>2</sub> COO <sup>-</sup> , M = Na <sup>+</sup> (Komponente B), |
| 2,4 Teile | Dispergiermittel der Formel (II) mit R <sup>2</sup> , R <sup>3</sup> , R <sup>4</sup> = H, n = 29 (Durchschnitt)   |

- (Komponente C),  
 5 Teile Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit  $n = 10$  (Durchschnitt)  
 (Komponente D),  
 0,5 Teile Verbindung der Formel (IV) mit  $R^6 = CH_3$ ,  $R^7 = C_5H_{11}$  (Komponente E),  
 5 2 Teile Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-  
 Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd (Komponente H),  
 0,2 Teile Konservierungsmittel,  
 Rest Wasser.
- 10 Nach DIN 53902 schäumt die Präparation mäßig. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszyylinder führt nach 3 Minuten zu einer hohen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als sehr stark ausgeprägt.
- 15 Beispiel 2
- 45 Teile C.I. Pigment Blue 15:3 (Komponente A),  
 1,5 Teile Dispergiermittel der Formel(I) mit  $R^1 = C_{18}H_{35}$ ,  $n = 8$ ,  $X = CH_2COO^-$ ,  
 M =  $Na^+$  (Komponente B),  
 20 4 Teile Dispergiermittel der Formel (II) mit  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4 = H$ ,  $n = 29$  (Durchschnitt)  
 (Komponente C),  
 8 Teile Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit  $n = 10$  (Durchschnitt)  
 (Komponente D),  
 0,5 Teile Verbindung der Formel (IV) mit  $R^6 = CH_3$ ,  $R^7 = C_5H_{11}$  (Komponente E),  
 25 0,1 Teil Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der  
 Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,  
 Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,  
 Linolsäure und Linolensäure (Komponente F),  
 2,5 Teile Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus  
 30 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd (Komponente H),  
 0,9 Teile Konservierungsmittel,  
 Rest Wasser.

Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die Präparation als schaumfrei zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels

- 5 Schlauchpumpe und Glaszyylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr geringen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als sehr gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit sehr gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 3% an Farbstärke verglichen mit einer ungeschenkten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine gute Eintrocknenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 10 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.
- 10
- 15 Vergleichsbeispiel 2a (ohne Komponente C)

|            |   |
|------------|---|
| 45 Teile   | C.I. Pigment Blue 15:3,   |
| 5,5 Teile  | Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$ , $n = 8$ , $X = CH_2COO^-$ ,  |
|            | $M = Na^+$ (Komponente B),  |
| 20 8 Teile | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt)   |
|            | (Komponente D),   |
| 0,5 Teile  | Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$ , $R^7 = C_5H_{11}$ ,   |
| 0,1 Teile  | Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure, |
| 25         |   |
| 2,5 Teile  | Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,   |
| 0,9 Teile  | Konservierungsmittel,   |
| 30 Rest    | Wasser.   |

Die Lagerstabilität ist schlecht, da die Dispersion während der vierwöchigen Lagerung bei 50°C fest wird.

**Beispiel 3**

|           |   |
|-----------|---|
| 42 Teile  | C.I. Pigment Red 170,   |
| 1,5 Teile | Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$ , $n = 8$ , $X = CH_2COO^-$ ,  |
| 5         | $M = Na^+$ (Komponente B),  |
| 4,5 Teile | Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$ , $n = 29$ (Durchschnitt),   |
| 5 Teile   | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),  |
| 0,5 Teile | Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$ , $R^7 = C_5H_{11}$ ,   |
| 0,2 Teile | Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der  |
| 10        | Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,<br>Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinäure, Ölsäure,<br>Linolsäure und Linolensäure, |
| 0,2 Teile | Konservierungsmittel,   |
| Rest      | Wasser.   |

- 15 Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die Präparation als gering schäumend zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszylinder führt nach 3 Minuten zu einer geringen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit sehr gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 1% an Farbstärke verglichen mit einer ungeschenkten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 20 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.

**30 Vergleichsbeispiel 3a (ohne Komponente D)**

|           |  |
|-----------|--|
| 42 Teile  | C.I. Pigment Red 170,  |
| 1,5 Teile | Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$ , $n = 8$ , $X = CH_2COO^-$ , |

4,5 Teile Dispergiermittel der Formel (II) mit  $R^2, R^3, R^4 = H$ ,  $n = 2$  (Durchschnitt),

5 Teile Ethylenglykol,

0,5 Teile Verbindung der Formel (IV) mit  $R^6 = CH_3$ ,  $R^7 = C_5H_{11}$ ,

0,2 Teile Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der

5 Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,  
Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,  
Linolsäure und Linolensäure,

0,2 Teile Konservierungsmittel,

Rest Wasser.

10

Bei dieser Pigmentpräparation ist die Eintrockenbeständigkeit schlecht. Die Dispersion trocknet innerhalb von 10 Minuten ein und bröckelt spröde vom Trägermaterial ab.

15 Beispiel 4

40 Teile C.I. Pigment Yellow 16,

3 Teile Dispergiermittel der Formel (I) mit  $R^1 = C_{18}H_{35}$ ,  $n = 8$ ,  $X = CH_2COO^-$ ,  
 $M = Na^+$  (Komponente B),

20 2,5 Teile Dispergiermittel der Formel (II) mit  $R^2, R^3, R^4 = H$ ,  $n = 20$  (Durchschnitt),

5 Teile Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit  $n = 10$  (Durchschnitt),

0,5 Teile Verbindung der Formel (IV) mit  $R^6 = CH_3$ ,  $R^7 = C_5H_{11}$ ,

25 0,1 Teile Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der  
Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,  
Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,  
Linolsäure und Linolensäure,

0,2 Teile Konservierungsmittel,

Rest Wasser.

30 Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit einem reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 ist die Präparation als schaumfrei zu bewerten. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszyylinder führt nach 3 Minuten zu keiner Schaumbildung.

Das Schaumvermögen der Präparation ist gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung 3% an Farbstärke verglichen mit einer ungeschenkten Pulpe. Weiterhin verfügt die

- 5 Präparation über eine hohe Eintrockenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 20 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt ein elastischer Film vor, der nicht vom Träger abgeplatzt ist.
- 10 Vergleichsbeispiel 4a (ohne Komponente B)

|           |  |
|-----------|--|
| 40 Teile  | C.I. Pigment Yellow 16,  |
| 3 Teile   | Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$ , $n = 20$ (Durchschnitt),  |
| 2,5 Teile | Dispergiermittel der Formel (III) mit $R^2, R^3, R^4 = H$ , $n = 20$   |
| 15        | (Durchschnitt), $X = PO_3M^+$ , $M = (HO-CH_2-CH_2-)_3NH^+$ ,  |
| 5 Teile   | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),   |
| 0,5 Teile | Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$ , $R^7 = C_5H_{11}$ ,  |
| 0,1 Teile | Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure, |
| 20        | Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,  |
|           | Linolsäure und Linolensäure,   |
| 0,2 Teile | Konservierungsmittel,  |
| Rest      | Wasser.  |

- 25 Verglichen mit dem Beispiel 4 ist die Scherbeständigkeit schlecht. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung 15% an Farbstärke verglichen mit einer ungeschenkten Pulpe.

### Beispiel 5

- 30
- |           |  |
|-----------|--|
| 48 Teile  | C.I. Pigment Red 112,  |
| 2,2 Teile | Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$ , $n = 8$ , $X = CH_2COO^-$ ,<br>$M = Na^+$ (Komponente B), |
| 4,4 Teile | Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$ , $n = 29$ (Durchschnitt),                                  |

|           |  |
|-----------|--|
| 5 Teile   | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit n = 10 (Durchschnitt),   |
| 1 Teil    | Verbindung der Formel (IV) mit R <sup>6</sup> = CH <sub>3</sub> , R <sup>7</sup> = C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> ,            |
| 1 Teil    | Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure, |
| 5         | Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure,                                   |
| 5 Teile   | Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus 2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,                                |
| 0,2 Teile | Konservierungsmittel,  |
| 10 Rest   | Wasser.  |

Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton. Sie erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, d.h. die Probe bleibt trotz der Warmlagerung für vier Wochen bei 50°C gut fließfähig. Nach DIN 53902 verfügt die 15 Präparation über eine geringe Schaumentwicklung. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszyylinder führt nach 3 Minuten zu einer geringen Schaumbildung. Das Schaumvermögen der Präparation zeigt sich ebenfalls als verhältnismäßig gering ausgeprägt. Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen ist mit gut zu bewerten. Eine gescherte Pulpe, die aus der Präparation hergestellt 20 wurde, verliert bei 5%-iger Papiermassefärbung nur 2% an Farbstärke verglichen mit einer ungeschenkten Pulpe. Weiterhin verfügt die Präparation über eine hohe Eintrocknenbeständigkeit. Sie trocknet homogen innerhalb von 30 Minuten zu einem Film, der elastisch ist und vom Träger nicht abbröckelt. Auch nach sieben Tagen liegt 25 ein elastischer Film vor, der vom Träger nicht abgeplatzt ist.

25

#### Vergleichsbeispiel 5a (ohne Komponente E)

|           |  |
|-----------|--|
| 48 Teile  | C.I. Pigment Red 112,  |
| 2,2 Teile | Dispergiermittel der Formel (I) mit R <sup>1</sup> = C <sub>18</sub> H <sub>35</sub> , n = 8, X = CH <sub>2</sub> COO <sup>-</sup> , |
| 30        | M = Na <sup>+</sup> (Komponente B),  |
| 4,4 Teile | Dispergiermittel der Formel (II) mit R <sup>2</sup> , R <sup>3</sup> , R <sup>4</sup> = H, n = 29 (Durchschnitt),                    |
| 5 Teile   | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit n = 10 (Durchschnitt),   |
| 1 Teil    | Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,       |

Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,  
Linolsäure und Linolensäure,

5 Teile Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus  
2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,

5 0,2 Teile Konservierungsmittel,

Rest Wasser.

Nach DIN 53902 schäumt die Präparation stark. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszyylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr hohen

10 Schaumbildung.

#### Vergleichsbeispiel 5b (ohne Komponente B)

48 Teile C.I. Pigment Red 112,

15 2,2 Teile Hostapur SAS 30® (Alkylsulfonat, Natriumsalz),

4,4 Teile Dispergiermittel der Formel (II) mit  $R^2, R^3, R^4 = H, n = 29$  (Durchschnitt),

5 Teile Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit  $n = 10$  (Durchschnitt),

1 Teil Verbindung der Formel (IV) mit  $R^6 = CH_3, R^7 = C_5H_{11}$ ,

20 1 Teil Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der  
Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,  
Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,  
Linolsäure und Linolensäure,

5 Teile Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus  
2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,

25 0,2 Teile Konservierungsmittel,

Rest Wasser.

Nach DIN 53902 schäumt die Präparation stark. Die Schaumbestimmung mittels Schlauchpumpe und Glaszyylinder führt nach 3 Minuten zu einer sehr hohen

30 Schaumbildung.

### Beispiel 6

Die in diesem Beispiel verwendete Acrylatharzlösung ist aus DE-A-101 35 140 bekannt. Das Polyacrylat ist ein Copolymer aus 50 – 70 % Styrol, 20 – 40 % Acryl-

5 bzw. Methacrylsäure und 5 – 15 % Estern der Acryl- bzw. Methacrylsäure. Die Acrylatlösung besteht aus 25 Gew.-% des gelösten Polymers, 3,9 Gew.-% NaOH und 71,1 Gew.-% Wasser.

|    |           |   |
|----|-----------|---|
|    | 45 Teile  | C.I. Pigment Yellow 97,   |
| 10 | 2 Teile   | Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$ , $n = 8$ , $X = CH_2COO^-$ ,<br>$M = Na^+$ (Komponente B),  |
|    | 1,2 Teile | Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$ , $n = 29$ (Durchschnitt),   |
|    | 7,5 Teile | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),  |
|    | 0,5 Teile | Verbindung der Formel (IV) mit $R^6 = CH_3$ , $R^7 = C_5H_{11}$ ,   |
| 15 | 0,1 Teile | Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure, |
|    | 12 Teile  | 25%-ige Acrylatharzlösung,  |
| 20 | 0,2 Teile | Konservierungsmittel,   |
|    | Rest      | Wasser.   |

Die Pigmentpräparation ist bezüglich Farbstärke, Lagerstabilität, Schaumvermögen, Scherstabilität und Eintrockenbeständigkeit mit dem Beispiel 1 vergleichbar.

25

### Beispiel 7

|    |           |  |
|----|-----------|--|
|    | 30 Teile  | C.I. Pigment Violett 23,   |
|    | 2,3 Teile | Dispergiermittel der Formel (I) mit $R^1 = C_{18}H_{35}$ , $n = 8$ , $X = CH_2COO^-$ ,<br>$M = Na^+$ (Komponente B), |
| 30 | 4 Teile   | Dispergiermittel der Formel (II) mit $R^2, R^3, R^4 = H$ , $n = 29$ (Durchschnitt),                                  |
|    | 5 Teile   | Polyethylenglykolether der Formel (VII) mit $n = 10$ (Durchschnitt),   |

- 0,6 Teile Verbindung der Formel (IV) mit  $R^6 = CH_3$ ,  $R^7 = C_5H_{11}$ ,
- 0,1 Teile Gemisch an Natriumsalzen der höheren Fettsäuren entsprechend der  
Verbindung (VI): Natriumsalze der Palmitinsäure, Cyprylsäure,  
Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure,
- 5 Linolsäure und Linolensäure,
- 4 Teile Natriumsalz eines polymeren Kondensationsproduktes aus  
2-Naphthalensulfonsäure und Formaldehyd,
- 0,2 Teile Konservierungsmittel,
- Rest Wasser.
- 10 Die Pigmentpräparation ist bezüglich Farbstärke, Lagerstabilität, Schaumvermögen,  
Scherstabilität und Eintrockenbeständigkeit mit dem Beispiel 1 vergleichbar.

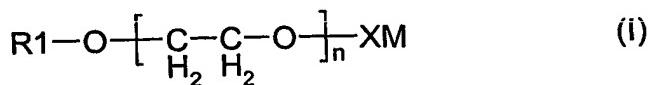
## Patentansprüche:

1. Wässrige Pigmentpräparation, enthaltend
    - (A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,
  - 5 (B) mindestens einen mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylether,
    - (C) mindestens ein alkoxyliertes Styrol-Phenol-Kondensat,
    - (D) mindestens einen Polyethylenglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
  - 10 (E) mindestens ein Alkindiol,
    - (F) Fette und Öle pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigte und ungesättigte höhere Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salze solcher gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
    - (G) gegebenenfalls eine wässrige Acrylatharzlösung,
  - 15 (H) gegebenenfalls ein polymeres Kondensationsprodukt aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
    - (I) gegebenenfalls einen Sulfobernsteinsäure-Halbester eines Rizinusölalkoxylats,
  - 20 (J) gegebenenfalls eine hydrotrope Substanz,
    - (K) gegebenenfalls weitere für wässrige Pigmentpräparationen übliche Zusatzstoffe, und
  - 25 (L) Wasser.
2. Pigmentpräparation nach Anspruch 1, enthaltend im wesentlichen
    - (A) 5 bis 80 Gew.-% mindestens eines organischen und/oder anorganischen Pigments,
    - (B) 0,1 bis 30 Gew.-% mindestens eines mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylethers,
  - 30 (C) 0,1 bis 30 Gew.-% mindestens eines alkoxylierten Styrol-Phenol-Kondensats,
    - (D) 0,5 bis 50 Gew.-% mindestens eines Polyethylenglykolethers mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
    - (E) 0,1 bis 5 Gew.-% mindestens eines Alkindiols,

- (F) 0,1 bis 10 Gew.-% an Fetten und Ölen pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salzen dieser gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
- 5 (G) 0 bis 30 Gew.-% einer wässrigen Acrylatharzlösung,
- (H) 0 bis 10 Gew.-% eines polymeren Kondensationsproduktes aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,
- (I) 0 bis 10 Gew.-% eines Sulfobernsteinsäure-Halbesters eines
- 10 Rizinusölalkoxylats,
- (J) 0 bis 30 Gew.-% einer hydrotropen Substanz,
- (K) 0 bis 10 Gew.-% weiterer für wässrige Pigmentpräparationen üblicher Zusatzstoffe und
- (L) 5 bis 90 Gew.-% Wasser,
- 15 wobei die Gewichtsprozente jeweils auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation bezogen sind.
3. Pigmentpräparation nach Anspruch 1 oder 2, enthaltend im wesentlichen
- (A) 20 bis 70 Gew.-% mindestens eines organischen und/oder anorganischen
- 20 Pigments,
- (B) 1 bis 15 Gew.-% mindestens eines mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylethers,
- (C) 1 bis 15 Gew.-% mindestens eines alkoxylierten Styrol-Phenol-Kondensats,
- (D) 1 bis 20 Gew.-% mindestens eines Polyethylenglykolethers mit einer mittleren
- 25 Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,
- (E) 0,1 bis 2 Gew.-% mindestens eines Alkindiols,
- (F) 0,1 bis 5 Gew.-% an Fetten und Ölen pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salzen dieser gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,
- 30 (G) 0 bis 25 Gew.-% einer wässrigen Acrylatharzlösung,
- (H) 0 bis 5 Gew.-% eines polymeren Kondensationsproduktes aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,

- (I) 0 bis 8 Gew.-% eines Sulfobernsteinsäure-Halbesters eines Rizinusölethoxylats,  
 (J) 0 bis 20 Gew.-% einer hydrotropen Substanz,  
 (K) 0 bis 5 Gew.-% weiterer, für wässrige Pigmentpräparationen üblicher  
 5 Zusatzstoffe und  
 (L) 10 bis 70 Gew.-% Wasser,  
 wobei die Gewichtsprozente jeweils auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation bezogen sind.

- 10 4. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Pigment (A) mindestens ein Pigment aus der Gruppe der Monoazo-, Disazo-, verlackten Azo-,  $\beta$ -Naphthol-, Naphthol AS-, Benzimidazolon-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-, Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Thioindigo-, Anthrantron-, Anthrachinon-,  
 15 Flavantron-, Indanthron-, Isoviolanthron-, Pyranthron-, Dioxazin-, Chinophthalon-, Isoindolin-, Isoindolinon- oder Diketopyrrolopyrrol-Pigmente oder ein saurer bis alkalischer Ruß aus der Gruppe der Furnaceruße oder Gasruße, oder eine Kombination davon ist.
- 20 5. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Pigment mit Ruß oder Titandioxid kombiniert ist.
- 25 6. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierte Polyethylenglykolalkylether (B) einer Verbindung der Formel (I) entspricht:

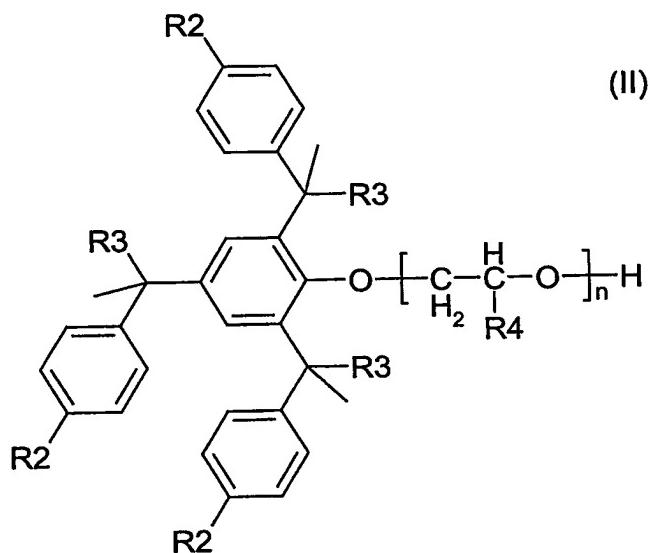


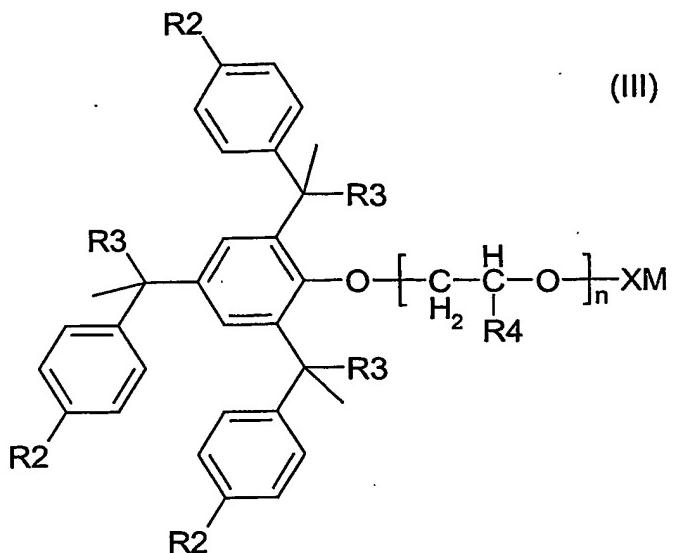
- 30 worin  
 R<sup>1</sup> ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkylrest oder ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest,

wobei die Substituenten 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Aryl, Aryl(C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>)alkyl, C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-Cycloalkyl, Hetaryl, Hetaryl(C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>)alkyl oder C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkoxy sind,

- n eine Zahl von 1 bis 100,
- 5 X SO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>2</sub><sup>-</sup>, CH<sub>2</sub>COO<sup>-</sup>, PO<sub>3</sub><sup>2-</sup> oder PO<sub>3</sub>M<sup>-</sup> und
- M H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion, oder eine Kombination davon, bedeuten.

- 10 7. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das alkoxylierte Styrol-Phenol-Kondensat (C) einer Verbindung der Formel (II) oder (III) oder deren Gemischen entspricht:





worin

$R^2$  H, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkylrest

5 oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest,

$R^3$  und  $R^4$  unabhängig voneinander H, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkylrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest,

10 n eine Zahl von 1 bis 100,

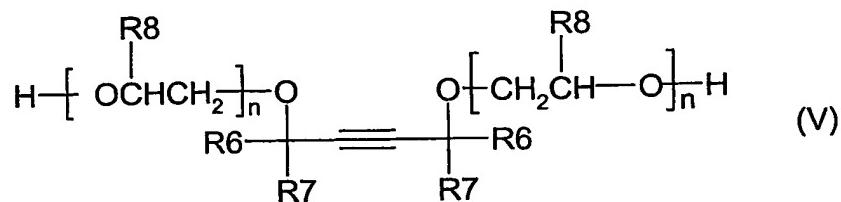
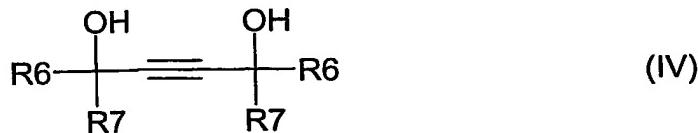
X CO-R<sup>5</sup>-COO<sup>-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>2</sub><sup>-</sup>, PO<sub>3</sub><sup>2-</sup> oder PO<sub>3</sub>M<sup>-</sup>,

15 R<sup>5</sup> ein substituierter oder unsubstituierter, verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenienrest, ein substituierter, unsubstituierter oder verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenylenrest, oder ein substituierter oder unsubstituierter Arylenrest, wobei die Substituenten bevorzugt 1, 2, 3 oder 4 Reste aus der Gruppe Halogen, Hydroxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, Nitro, Cyano, Carboxy, Amino oder Sulfo sind, und

M H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion bedeuten.

20

8. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Alkindiol (E) einer Verbindung der Formel (IV) oder (V) oder deren Gemischen entspricht:



5

worin

$\text{R}^6$  H oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyrest oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Alkenylrest,

$\text{R}^7$  ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkylrest  
oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest,

$\text{R}^8$  H, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkylrest  
oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>-Alkenyl- oder C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub>-Cycloalkenylrest,

15  $\text{n}$  eine Zahl von 1 bis 100 ist.

9. Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8,  
dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (F) einer Verbindung der Formel (VI)  
oder einem Gemisch davon entspricht

20



worin

$\text{R}^9$  ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkyl- oder ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkenyl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkadienyl-Rest, ein verzweigter oder unverzweigter C<sub>7</sub>-C<sub>29</sub>-Alkatrienyl-Rest und

M H, ein einwertiges Metallkation, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion sind,

oder ein Fett oder Öl aus der Gruppe Talg, Palmkernfett, Kokosfett, Rapsöl, Sonnenblumenöl, Leinöl, Palmöl, Sojaöl, Erdnussöl und Walöl ist.

10. Verfahren zur Herstellung einer Pigmentpräparation gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (A) zusammen mit den Komponenten (B), (C), (D), (E), (F) und gegebenenfalls (G), (H), (I), (J) und (K) in Wasser angeteigt und homogenisiert wird (Komponente L), und mit Hilfe eines Mahl- oder Dispergieraggregats feindispersiert oder feinverteilt wird.
- 10 11. Verwendung einer Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9 zum Pigmentieren natürlicher oder synthetischer Materialien.
12. Verwendung nach Anspruch 11 zum Pigmentieren von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien, bevorzugt Cellulosefasern, insbesondere zur Papiermassefärbung und Laminateinfärbung.
13. Verwendung nach Anspruch 11 zum Pigmentieren oder Herstellen von Drucktinten, Ink-Jet-Tinten, elektrophotographischen Tonern, Pulverlacken, Farbfiltern, elektronischen Tinten und „Electronic Paper“, Anstrich- und Dispersionsfarben, Dispersionsslacken, Druckfarben, Tapetenfarben, wasserverdünnbaren Lacken, Holzschutzsystemen, Viskose-Spinnfärbung, Wurstdärmen, Saatgut, Düngemitteln, Glasflaschen, sowie zur Massefärbung von Dachziegeln, zur Einfärbung für Putze, Holzbeizen, Buntstiftminen, Faserschreibern, Wachsen, Paraffinen, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmitteln, Schuhpflegemitteln, Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen.

## Wasserbasierende Pigmentpräparationen

- 5 Gegenstand der Erfindung sind wässrige Pigmentpräparationen, enthaltend  
(A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,  
(B) mindestens einen mit einer terminalen Säuregruppe funktionalisierten Polyethylenglykolalkylether,  
(C) mindestens ein alkoxyliertes Styrol-Phenol-Kondensat,  
10 (D) mindestens einen Polyethylenglykolether mit einer mittleren Molmasse zwischen 200 und 1000 g/mol,  
(E) mindestens ein Alkindiol,  
(F) Fette und Öle pflanzlicher und/oder tierischer Herkunft und/oder gesättigte und ungesättigte höhere Fettsäuren solcher Fette und Öle und/oder Salze solcher  
15 gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren,  
(G) gegebenenfalls eine wässrige Acrylatharzlösung,  
(H) gegebenenfalls ein polymeres Kondensationsprodukt aus aromatischen Sulfonsäuren und Formaldehyd und/oder den Salzen aromatischer Sulfonsäuren und Formaldehyd,  
20 (I) gegebenenfalls einen Sulfobernsteinsäure-Halbester eines Rizinusölalkoxylats,  
(J) gegebenenfalls eine hydrotrope Substanz,  
(K) gegebenenfalls weitere für wässrige Pigmentpräparationen übliche Zusatzstoffe, und  
25 (L) Wasser.